

シモキサニル試験法

1. 分析対象化合物

シモキサニル

2. 装置

紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフを用いる。

3. 試薬、試液

総則の3に示すものを用いる。

4. 標準品

シモキサニル 本品はシモキサニル99%以上を含む。

融点 本品の融点は160～161℃である。

5. 試験溶液の調製

a 抽出法

果実及び野菜の場合は、検体約1 kgを精密に量り、5%リン酸溶液500 mLを加え、細切均一化した後、検体20.0 gに相当する量を量り採る。

ホップの場合は、検体5.00 gを量り採り、5%リン酸溶液20 mLを加えて、2時間放置する。

これにアセトン100 mLを加え、3分間細砕した後、ろ紙を用いてすり合わせ減圧濃縮器中に吸引ろ過する。ろ紙上の残留物を採り、アセトン50 mLを加え、3分間細砕した後、上記と同様に操作して、ろ液をその減圧濃縮器中に合わせ、40℃以下で約60 mLに濃縮する。

これをあらかじめ10%塩化ナトリウム溶液100 mLを入れた300 mLの分液漏斗に移す。*n*-ヘキサン50 mLを用いて上記の減圧濃縮器のナス型フラスコを洗い、洗液を上記の分液漏斗に合わせる。振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、*n*-ヘキサン層を捨てる。水層に酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（1：1）100 mLを加え、振とう機を用いて5分間激しく振り混ぜた後、静置し、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を300 mLの三角フラスコに移す。水層に酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（1：1）50 mLを加え、上記と同様に操作して、酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの層を上記の三角フラスコに合わせる。これに適量の無水硫酸ナトリウムを加え、時々振り混ぜながら15分間放置した後、すり合わせ減圧濃縮器中にろ過する。次いで酢酸エチル及び*n*-ヘキサンの混液（1：1）20 mLを用いて三角フラスコを洗い、その洗液でろ紙上の残留物を洗う操作を2回繰り返す。両洗液をその減圧濃縮器中に合わせ、これにアセトン及びジエチレングリコールの混液（9：1）0.5

mLを加え、40℃以下で*n*-ヘキサン、酢酸エチル及びアセトンを除去する。この残留物にアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：19）5 mLを加えて溶かす。

b 精製法

シリカゲルミニカラム（690 mg）に*n*-ヘキサン10 mLを注入し、流出液は捨てる。このカラムに a 抽出法で得られた溶液を注入した後、アセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：19）20 mLを注入し、流出液は捨てる。次いでアセトン及び*n*-ヘキサンの混液（1：4）20 mLを注入し、流出液をすり合わせ減圧濃縮器中に採り、これにアセトン及びジエチレングリコールの混液（9：1）0.5 mLを加え、40℃以下でアセトン及び*n*-ヘキサンを除去する。この残留物にアセトニトリル、水及び酢酸の混液（25：75：0.2）を加えて溶かし、正確に4 mLとして、これを試験溶液とする。

6. 操作法

a 定性試験

次の操作条件で試験を行う。試験結果は標準品と一致しなければならない。

操作条件

カラム充てん剤 オクタデシルシリル化シリカゲル（粒径5 μm）を用いる。

クロマトグラフ管 内径4.6 mm，長さ150 mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 40℃

検出器 波長254 nmで操作する。

移動相 アセトニトリル及び水の混液（1：3）を用いる。シモキサニルが約10分で流出する流速に調整する。

b 定量試験

a 定性試験と同様の操作条件で得られた試験結果に基づき、ピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

7. 定量限界

0.05 mg/kg

8. 留意事項

なし

9. 参考文献

なし

10. 類型

A